

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-257983

(43)Date of publication of application : 12.09.2003

(51)Int.Cl.

H01L 21/322

H01L 21/66

(21)Application number : 2002-054030

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 28.02.2002

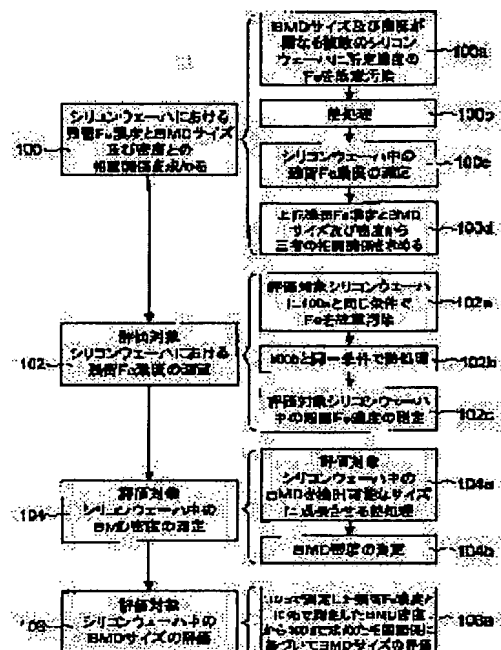
(72)Inventor : TOBE TOSHIMI

## (54) ESTIMATION METHOD OF BMD SIZE IN SILICON WAFER

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an estimation method of a BMD size in a silicon wafer which can estimate accurately the BMD size so fine in a silicon wafer that a conventional method cannot detect it.

**SOLUTION:** This estimation method is provided with a first step, a second step, a third step and a fourth step. In the first step, after a plurality of silicon wafers different in the BMD sizes and densities are intentionally contaminated by Fe of prescribed concentration, residual Fe concentration in the silicon wafer after heat treatment under a prescribed heat treatment condition is measured, thereby previously obtaining the correlation of the residual Fe concentration to the BMD size and density. In the second step, after the intentional contamination of Fe and heat treatment are applied to the silicon wafer as an estimation object under the same condition as the first step, the residual Fe concentration is measured. In the third step, after heat treatment is performed in order to grow the BMD in the silicon wafer as the estimation object to a detectable size, the BMD density in the wafer is measured. In the fourth step, the BDM size in the silicon wafer as the estimation object is estimated from the residual Fe concentration obtained by the second step and the BMD density obtained by the third step on the basis of the correlation.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

21.10.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-257893

(P2003-257893A)

(43) 公開日 平成15年9月12日 (2003.9.12)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
H 0 1 L 21/301		C 0 9 J 7/02	Z 4 J 0 0 4
C 0 9 J 7/02		201/00	4 J 0 4 0
201/00		H 0 1 L 21/78	M

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2002-51682(P2002-51682)

(22) 出願日 平成14年2月27日 (2002.2.27)

(71) 出願人 000003964

日東電工株式会社

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 山本 昌司

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東  
電工株式会社内

(74) 代理人 100092266

弁理士 鈴木 崇生 (外3名)

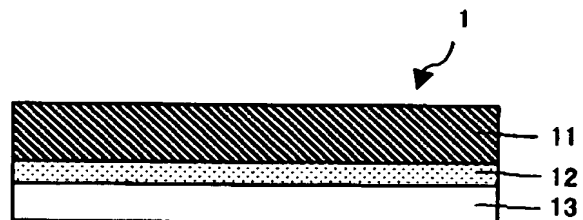
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ダイシング用粘着シート

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 半導体ウエハ等の被切断体の歩留まりが良く、しかもダイシング時のチップングの発生を防止することができるダイシング用粘着シートを提供すること。

【解決手段】 基材フィルム上の少なくとも片面に粘着剤層12が設けられてなるダイシング用粘着シート1において、前記基材フィルム11が、プロピレン並びにエチレンおよび/または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを重ね成分として含有するオレフィン系熱可塑性エラストマーであって、融点ピーク温度が120℃以上170℃以下であるオレフィン系熱可塑性エラストマーと、エチレンを重ね成分の主成分とするエチレン系重合体を含有することを特徴とするダイシング用粘着シート。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材フィルム上の少なくとも片面に粘着剤層が設けられてなるダイシング用粘着シートにおいて、前記基材フィルムが、プロピレン並びにエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを重ね成分として含有するオレフィン系熱可塑性エラストマーであって、融点ピーク温度が120℃以上170℃以下であるオレフィン系熱可塑性エラストマーと、エチレンを重ね成分の主成分とするエチレン系重合体を含有することを特徴とするダイシング用粘着シート。

【請求項2】 前記オレフィン系熱可塑性エラストマーが、 $\alpha$ -ジクロロベンゼンを溶媒として用いた温度0～140℃の間の温度上昇溶離分別における0℃での溶出分が全溶出重量に対して10～60重量%であることを特徴とする請求項1記載のダイシング用粘着シート。

【請求項3】 前記エチレン系重合体の含有量が、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーに対して、5～50重量%であることを特徴とする請求項1または2記載のダイシング用粘着シート。

【請求項4】 前記エチレン系重合体が、密度0.94～0.97g/cm<sup>3</sup>の高密度ポリエチレンおよび／または密度0.91～0.94g/cm<sup>3</sup>の直鎖状低密度ポリエチレンであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のダイシング用粘着シート。

【請求項5】 基材フィルムが単層フィルムであり、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体をそれらの合計量として50重量%以上含有していることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載のダイシング用粘着シート。

【請求項6】 基材フィルムが多層フィルムであり、当該多層フィルムの少なくとも1層が、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体をそれらの合計量として50重量%以上含有していることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載のダイシング用粘着シート。

【請求項7】 粘着剤層の厚みが1～200 $\mu$ mであることを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載のダイシング用粘着シート。

【請求項8】 粘着剤層が放射線硬化型粘着剤により形成されていることを特徴とする請求項1～7のいずれかに記載のダイシング用粘着シート。

【請求項9】 請求項1～8のいずれかに記載のダイシング用粘着シートを、被切断体へ貼り付けた後に、前記粘着シートの基材フィルムまで切り込みを行なうことにより被切断体をダイシングすることを特徴とするダイシング方法。

【請求項10】 被切断体が半導体素子であることを特徴とする請求項9記載のダイシング方法。

【請求項11】 請求項9または10記載のダイシング方法により、被切断体をダイシングすることにより作製

された被切断体小片。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ダイシング用粘着シートに関する。さらには当該ダイシング用粘着シートを用いてダイシングを行なう方法、当該ダイシング方法により得られる被切断体小片に関する。本発明のダイシング用粘着シートは、半導体ウエハ等の素子小片を切断分離（ダイシング）する際に、当該半導体ウエハ等の被切断体を固定するために用いる半導体ウエハダイシング用粘着シートとして特に有用である。例えば、本発明のダイシング用粘着シートは、シリコン半導体ダイシング用粘着シート、化合物半導体ウエハダイシング用粘着シート、半導体パッケージダイシング用粘着シート、ガラスダイシング用粘着シートなどとして使用できる。

## 【0002】

【従来の技術】従来よりシリコン、ガリウム、砒素などを材料とする半導体ウエハは、大径の状態で製造された後、素子小片に切断分離（ダイシング）され、更にマウント工程に移される。この際、半導体ウエハは粘着シートに貼付され保持された状態でダイシング工程、洗浄工程、エキスパンド工程、ピックアップ工程、マウント工程の各工程が施される。前記粘着シートとしては、プラスチックフィルムからなる基材上にアクリル系粘着剤が1～200 $\mu$ m程度が塗布されてなるものが一般的に用いられている。

【0003】前記ダイシング工程においては、回転しながら移動する丸刃によってウエハの切断が行なわれるが、その際に半導体ウエハを保持するダイシング用粘着シートの基材内部まで切り込みを行なうフルカットと呼ばれる切断方式が主流となってきた。

【0004】そして、フルカットによる切断方法では、ウエハを完全に切断するため、その切断品位がダイシング用粘着シートによって左右される。例えば、近年では、ウエハの薄型化に伴って、ウエハ裏側面に発生するチップングと呼ばれるクラックが、ウエハの抗折強度の低下を招き、重大な問題となっている。

【0005】このような問題を解決する手段として、例えば、特開平5-335411号公報には、まず、素子の形成された半導体ウエハにダイシングによって所定深さの溝を形成し、然る後にダイシングされた溝の深さまでバックグラインド（裏面研削）を行なうことにより、薄型化した半導体素子を製造する方法（先ダイシング法）が提案されている。しかし、この方法では、チップングの発生は抑えられるものの、予めダイシングによって半導体ウエハに数十から数百 $\mu$ mの切れ込みを入れるため、バックグラインド工程に搬送する過程の割れや、バックグラインド工程で溝から研削水が流入しウエハ表面が研削水により汚染されるといった問題が起り、半導体ウエハの歩留まりをまねくことになる。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記のような従来技術に伴う問題を解決しようとするものであり、半導体ウエハ等の被切断体の歩留まりが良く、しかもダイシング時のチッピングの発生を防止することができるダイシング用粘着シートを提供することを目的とする。また、当該ダイシング用粘着シートを用いたダイシング方法を提供することを目的とする。さらには、当該ダイシング方法により得られる被切断体小片を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記課題を解決すべくダイシング用粘着シートを構成する基材フィルムについて鋭意検討した結果、基材フィルムに、特定のオレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体を用いることで、前記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち本発明は、基材フィルム上の少なくとも片面に粘着剤層が設けられてなるダイシング用粘着シートにおいて、前記基材フィルムが、プロピレン並びにエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを重合成分として含有するオレフィン系熱可塑性エラストマーであって、融点ピーク温度が120℃以上170℃以下であるオレフィン系熱可塑性エラストマーと、エチレンを重合成分の主成分とするエチレン系重合体を含有することを特徴とするダイシング用粘着シート、に関する。

【0009】上記本発明のダイシング用粘着シートは、プロピレン並びにエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを重合成分として含有するオレフィン系熱可塑性エラストマーのなかでも、融点ピーク温度が120℃以上170℃以下のものと、エチレンを重合成分の主成分とするエチレン系重合体を含有する基材フィルムが、ダイシング時にチッピングの発生を抑えられることを見出したものである。前記オレフィン系熱可塑性エラストマーの融点ピーク温度は好ましくは140℃以上、さらに好ましくは160℃以上である。融点ピーク温度は一般的にはJIS K7121に準拠して示差走査熱量計(DSC)で測定される。

【0010】前記ダイシング用粘着シートにおいて、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーは、 $\alpha$ -ジクロロベンゼンを溶媒として用いた温度0～140℃の間の温度上昇溶離分別における0℃での溶出分が全溶出重量に対して10～60重量%であることが好ましい。

【0011】前記オレフィン系熱可塑性エラストマーの0℃での溶出分の全溶出重量に対する割合は、ダイシング時の糸状屑の発生を抑えられ、かつエキスパンド性及び基材フィルムの粘着剤層との接着性を満足しうる好ましい範囲である。0℃での溶出分の割合が少なくなると、オレフィン系熱可塑性エラストマーを成形して得られる

基材フィルムが硬く、エキスパンド時の伸び性が悪くなるほか、ピックアップもし辛くなる傾向があることから、前記0℃での溶出分の割合は10重量%以上、さらには20重量%以上であるのが好ましい。また、前記0℃での溶出分の割合が多くなると、オレフィン系熱可塑性エラストマーを成形して得られる基材フィルムの粘着剤層との接着性が劣る傾向があることから前記0℃での溶出分の割合は60重量%以下、さらには50重量%以下であるのが好ましい。

10 【0012】なお、前記温度上昇溶離分別(Temperature Rising Elution Fractionation; TREF)とは、公知の分析法である。原理的には、高温でポリマーを溶媒に完全に溶解させた後に冷却して、溶液中に存在させておいた不活性担体の表面に薄いポリマー層を形成させる。このとき、結晶化し易い高結晶性成分から結晶化しにくい低結晶性または非晶性成分の順にポリマー層が形成される。次いで、連続又は段階的に昇温すると、前記と逆に、低結晶性または非晶性成分から溶出し、最後に高結晶性成分が溶出する。この各温度での溶出量と溶出温度によって描かれる溶出曲線からポリマーの組成分布を分析するものである。

【0013】測定装置としては、クロス分別装置(三菱化学(株)製、CFC-T150A)を使用した。測定すべきサンプル(オレフィン系熱可塑性エラストマー)を溶媒( $\alpha$ -ジクロロベンゼン)を用い、濃度30mg/mlとなるように140℃で溶解し、これを測定装置内のサンプルループ内に注入した。以下の測定は設定条件に従って自動的に行われた。サンプルループ内に保持された試料溶液は、溶解温度の差を利用して分別するTREFカラム(不活性体であるガラスビーズが充填された内径4mm、長さ150mmの装置付属のステンレスカラム)に0.4ml注入された。当該サンプルは、1℃/分の速度で140℃から0℃の温度まで冷却され、上記不活性担体にコーティングされた。このとき高結晶成分(結晶化しやすいもの)から低結晶成分(結晶化しにくいもの)の順で不活性担体表面にポリマー層が形成される。TREFカラムは0℃でさらに30分間保持した後、以下のように段階的に昇温され、それぞれの温度において30分間保持されながら、その温度における溶出分が測定された。溶出温度(℃): 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 49, 52, 55, 58, 61, 64, 67, 70, 73, 76, 79, 82, 85, 88, 91, 94, 97, 100, 102, 120, 140。

【0014】前記ダイシング用粘着シートにおいて、前記エチレン系重合体の含有量は、特に制限されないが、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーに対して、好ましくは5～50重量%であり、さらに好ましくは10～40重量%である。前記範囲内に調整した場合に特に本発明の効果を有効に奏する。

【0015】ダイシング用粘着シートにおいて、前記エチレン系重合体が、密度 $0.94 \sim 0.97 \text{ g/cm}^3$ の高密度ポリエチレンおよび／または密度 $0.91 \sim 0.94 \text{ g/cm}^3$ の直鎖状低密度ポリエチレンであることが好ましい。エチレン系重合体は特に制限されないが、前記例示のものがチップングの発生を抑えるうえで好ましい。

【0016】前記ダイシング用粘着シートにおいて、基材フィルムが単層フィルムであり、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体をそれらの合計量として50重量%以上含有していることが好ましい。

【0017】前記ダイシング用粘着シートにおいて、基材フィルムが多層フィルムであり、当該多層フィルムの少なくとも1層が、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体をそれらの合計量として50重量%以上含有していることが好ましい。

【0018】基材フィルム中の前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体の合計量は、チップング発生防止効果から、単層フィルムまたは多層フィルムの少なくとも1層が、通常、50重量%以上、好ましくは80重量%以上であるのがよい。基材フィルムを多層とした場合には、例えば前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体を含む層をフルカットの際に丸刃の切り込みが行なわれる深さまでの少なくとも一層に設けることでダイシング時のチップングの発生を防止することができ、他の層にエキスパンド時に必要とされる伸び性に優れた層を設けることにより、前記オレフィン系熱可塑性エラストマーの含む層の伸び性の低さを補うことができる。その他、帯電防止性に優れた層などの機能層を設けて多層化して帯電防止性能などの追加機能を付加することもできる。

【0019】前記ダイシング用粘着シートにおいて、粘着剤層の厚みは $1 \sim 200 \mu\text{m}$ である場合に有効である。

【0020】粘着剤層を厚くすることは、ダイシング中の半導体ウエハの振動などの原因によって、ダイシング品位を著しく低下させ、コスト的にも不利益となるため、粘着剤層の厚みは $1 \sim 200 \mu\text{m}$ 、特に好ましくは $3 \sim 50 \mu\text{m}$ とされる。通常、ダイシング工程では、ダイシング用粘着シートに対して丸刃が $5 \sim 230 \mu\text{m}$ 程度の切込み、切断を行なっているため、粘着剤層がその切込深さより薄く、基材フィルムまで切り込みが行われ、基材フィルムによるチップングの影響が問題となる場合に本発明のダイシング用粘着シートは有効に機能する。

【0021】前記ダイシング用粘着シートにおいて、粘着剤層は放射線硬化型粘着剤により形成されているものであることが好ましい。

【0022】放射線硬化型粘着剤層を用いれば、放射線を照射することにより粘着力を低下させることができ、

ウエハ等を切断分離した後に、ウエハ等からの粘着シートの除去を容易に行うことができる。

【0023】さらに本発明は前記ダイシング用粘着シートを、被切断体へ貼り付けた後に、前記粘着シートの基材フィルムまで切り込みを行なうことにより被切断体をダイシングすることを特徴とするダイシング方法、に関する。適用被切断体としては、半導体素子が有効である。さらには本発明は前記ダイシング方法により、被切断体をダイシングすることにより作製された被切断体小片、に関する。

【0024】

【発明の実施の形態】以下、本発明のダイシング用粘着シートを、図1を参照しつつ詳細に説明する。図1に示すように本発明のダイシング用粘着シート1は、基材フィルム11と、該基材フィルム11の少なくとも一方の面に設けられた粘着剤層12と、更に必要に応じて粘着層と接し、基材フィルムとは反対側の面に貼り付けられたセパレータ13とで構成されている。図1では基材フィルム11の片面に粘着剤層12を有するが、粘着剤層は基材フィルムの両面に形成することもできる。ダイシング用粘着シートはシートを巻いてテープ状とすることもできる。

【0025】基材フィルムは、プロピレン並びにエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを重合成分として含有するオレフィン系熱可塑性エラストマーと、エチレンを重合成分の主成分とするエチレン系重合体を含有してなる。

【0026】オレフィン系熱可塑性エラストマーの重合成分である炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンとしては、ブテン-1、3-メチルペンテン-1、4-メチルペンテン-1、ヘキセン-1、オクテン-1等があげられる。オレフィン系熱可塑性エラストマーとしては、プロピレンとエチレンとの共重合体が好ましい。

【0027】オレフィン系熱可塑性エラストマーを構成する各重合成分の割合は、オレフィン系熱可塑性エラストマーが上記融点ピーク温度、温度上昇溶離別に係わる要件を満足するものであれば特に制限されないが、プロピレンの割合は、通常、50～95重量%、さらに好ましくは60～92重量%である。エチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンは、プロピレンの割合を引いた残量である。

【0028】本発明のオレフィン系熱可塑性エラストマーは、前記重合成分を含有し、かつ上記融点ピーク温度、温度上昇溶離別に係わる条件を満足するものである。前記オレフィン系熱可塑性エラストマーの製造方法としては、例えば、一段目でプロピレン単独重合体またはプロピレンと少量のエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンとのランダム共重合体を製造後、二段目以降でプロピレンとエチレンおよび／または炭素数4～8の他の $\alpha$ -オレフィンのランダム共重合体を製

造する、少なくとも二段以上の逐次重合方法；プロピレン単独重合体またはプロピレンと少量のエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンのランダム共重合体と、エチレンと炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンとのランダム共重合体、またはエチレンおよび／または炭素数4～8とプロピレンとのランダム共重合体をそれぞれ別に重合したものをブレンドする製造する方法が挙げられる。これら方法としては、少なくとも二段以上の逐次重合方法が好ましい。

【0029】以下、この逐次重合方法について詳述する。逐次重合に用いられる触媒は、特に限定されるものではないが、有機アルミニウム化合物と、チタン原子、マグネシウム原子、ハロゲン原子、及び電子供与性化合物を必須とする固形成分とからなるものが好ましい。

【0030】ここで、有機アルミニウム化合物としては、この種の重合において公知の、一般式 $(R^1)_mAlX_{3-m}$ （式中、 $R^1$ は炭素数1～12の炭化水素残基、Xはハロゲン原子を示し、mは1～3の整数である。）で表される化合物、例えば、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム等のトリアルキルアルミニウム；ジメチルアルミニウムクロリド、ジエチルアルミニウムクロリド等のジアルキルアルミニウムハライド；メチルアルミニウムセスキクロリド、エチルアルミニウムセスキクロリド等のアルキルアルミニウムセスキハライド；メチルアルミニウムジクロリド、エチルアルミニウムジクロリド等のアルキルアルミニウムジハライド；ジエチルアルミニウムハイドライド等のアルキルアルミニウムハイドライド等があげられる。

【0031】またチタン原子、マグネシウム原子、ハロゲン原子、及び電子供与性化合物を必須とする固形成分としては、やはりこの種の重合において公知のものを使用できる。チタン原子の供給源となるチタン化合物としては、一般式： $Ti(OR^2)_nX_{4-n}$ （式中、 $R^2$ は炭素数1～10の炭化水素残基Xはハロゲン原子を示し、nは0～4の整数である。）で表される化合物があげられ、なかでも、四塩化チタン、テトラエトキシチタン、テトラブトキシチタン等が好ましい。マグネシウム原子の供給源となるマグネシウム化合物としては、例えば、ジアルキルマグネシウム、マグネシウムジハライド、ジアルコキシマグネシウム、アルコキシマグネシウムハライド等があげられ、なかでもマグネシウムジハライド等が好ましい。なお、ハロゲン原子としては、弗素、塩素、臭素、沃素があげられ、なかでも塩素が好ましく、これらは、通常、前記チタン化合物から供給されるが、アルミニウムのハロゲン化合物、珪素のハロゲン化合物、タングステンのハロゲン化合物等の他のハロゲン供給源から供給されてもよい。

【0032】電子供与性化合物としては、アルコール類、フェノール類、ケトン類、アルデヒド類、カルボン酸類、有機酸または無機酸およびその誘導体等の含酸素

化合物、アンモニア、アミン類、ニトリル類、イソシアネート類等の含窒素化合物があげれる。なかでも無機酸エステル、有機酸エステル、有機酸ハライド等が好ましく、珪素エステル、酢酸セロソルブエステル、フタル酸ハライド等が更に好ましく、一般式： $R^3R^4Si(OR^5)_p$ （式中、 $R^3$ は炭素数3～20、好ましくは4～10の分岐状脂肪族炭化水素残基または炭素数5～20、好ましくは6～10の環状脂肪族炭化水素残基を示し、 $R^4$ は炭素数1～20、好ましくは1～10の分岐または直鎖状脂肪族炭化水素残基を示し、pは1～3の整数である。）で表される有機珪素化合物、例えば、t-ブチル-メチル-ジエトキシシラン、シクロヘキシル-メチル-ジメチル-ジエトキシシラン、シクロヘキシル-メチル-ジエトキシシラン等が特に好ましい。

【0033】逐次重合法において、第一段階では、プロピレンまたは、さらに少量のエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを供給して、前記触媒の存在下に温度50～150℃、好ましくは50～100℃、プロピレンの分圧0.5～4.5MPa、好ましくは1～3.5MPaの条件でプロピレン単独重合体等を重合し、引き続いて、第二段階でプロピレンとエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンを供給して、前記触媒の存在下に温度50～150℃、好ましくは50～100℃、プロピレンとエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィンの分圧0.3～4.5MPa、好ましくは0.5～3.5MPaの条件で、プロピレンとエチレンおよび／または炭素数4～8の $\alpha$ -オレフィン共重合体の重合を実施することによりなされる。

【0034】なお、その際の重合は回分式、連続、半回分式のいずれによってもよく、第一段階の重合は気相または液相中で実施し、第二段階の重合も気相または液相中で実施するが、特に気相中で実施するのが好ましい。各段階の滞留時間は各々0.5～10時間、好ましくは1～5時間である。

【0035】また前記方法により製造されるオレフィン系熱可塑性エラストマーの粉体粒子にベタツキ等の問題が生じる際は、粉体粒子の流動性を付与する目的で、第一段階での重合後、第二段階での重合開始前または重合途中に、活性水素含有化合物を、触媒の固体成分中のチタン原子に対して100～1000倍モルで、且つ、触媒の有機アルミニウム化合物に対して2～5倍モルの範囲で添加することが好ましい。活性水素含有化合物としては、例えば、水、アルコール類、フェノール類、アルデヒド類、カルボン酸類、酸アミド類アンモニア、アミン類等があげられる。

【0036】なお、前記方法により製造されるオレフィン系熱可塑性エラストマーは、JIS K7210に準拠して温度230℃、荷重21.18Nで測定したメルトフロート(MFR)は0.1～50g/10分、

JIS K7112に準拠して水中置換法にて測定した密度は0.87~0.89g/cm<sup>3</sup>程度であって、JIS K7203に準拠して温度23℃で測定した曲げ弾性率が600MPa以下のものとなる。

【0037】オレフィン系熱可塑性エラストマーは、公知の有機パーオキサイドまたはさらに二重結合を分子内に1個以上、好ましくは2個以上を有する架橋剤の存在下に動的に熱処理してMFRを調整することもできる。

【0038】前記オレフィン系熱可塑性エラストマーと混合する、エチレンを重合成分の主成分とする重合体としては、エチレンを重合成分として50%モル以上含有する重合体を特に制限なく使用できる。

【0039】エチレン系重合体としては、例えば、密度0.91~0.94g/cm<sup>3</sup>の高圧法低密度ポリエチレン；密度0.94~0.97g/cm<sup>3</sup>の高密度ポリエチレン；密度0.91~0.94g/cm<sup>3</sup>の直鎖状低密度ポリエチレン；炭素数3~8の $\alpha$ -オレフィン、例えば、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、1-オクテンとの共重合体である、密度0.88~0.91g/cm<sup>3</sup>のメタロセン系エチレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体；密度0.85~0.88g/cm<sup>3</sup>のエチレン- $\alpha$ -オレフィン共重合ゴム等があげられる。これらの製法は、特に制限されないが、例えば、高圧ラジカル重合法、チーグラ-系触媒またはメタロセン系触媒を代表とするシングルサイト触媒による配位アニオン重合法により製造される。またエチレン系重合体としては、例えば、エチレン-酢酸ビニル共重合体(EVA)、エチレンとメタクリル酸および/またはメタクリル酸エステルとの共重合体、エチレンとアクリル酸および/またはアクリル酸エステルの共重合体、エチレンとメタクリル酸および/またはアクリル酸の金属塩の共重合体(アイオノマー)、エチレン-プロピレン-非共役ジエン共重合ゴム(EPDM)、エチレン-スチレン共重合体、エチレン-ノルボルネン共重合体等が挙げられる。これらのエチレン系重合体のなかでも、密度0.94~0.97g/cm<sup>3</sup>の高密度ポリエチレンおよび/または密度0.91~0.94g/cm<sup>3</sup>の直鎖状低密度ポリエチレンが好ましい。特に0.94~0.97g/cm<sup>3</sup>の高密度ポリエチレンが好ましい。

【0040】本発明の基材フィルムは前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体を含有する。オレフィン系熱可塑性エラストマーに対するエチレン系重合体の割合は、前述の通り、5~50重量%であることが好ましい。オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体の混合方法としては、特に限定されるものではないが、例えば、バンバリーミキサー、単軸押出し機、二軸押出し機等により熔融混練する方法、製膜時に混合する方法(ドライブレンド)等があげられる。これらのなかでも熔融混練する方法が好ましい。なお、オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体を

熔融混練する際には、公知の有機パーオキサイドや二重結合を分子内に1個以上、好ましくは2個以上を有する架橋剤の存在下に動的に熱処理することもできる。

【0041】本発明の基材フィルムは前記オレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体を含有していればよく、これらの混合物により基材フィルムを構成することができる他、必要に応じて他のプラスチック樹脂またはエラストマーとの混合体から基材フィルムを構成することもできる。このようなプラスチック樹脂またはエラストマーとしては、ポリプロピレン、ポリブテン等のポリエチレン以外の公知のポリオレフィン、ポリエチレンテレフタレート、ポリ塩化ビニル、ポリウレタン、ポリスチレン、スチレン系エラストマー等の慣用のプラスチックまたはエラストマーシート用樹脂が好適に用いることができる。前述の通り、基材フィルム中のオレフィン系熱可塑性エラストマーとエチレン系重合体の合計量は、チッピング防止効果から、通常、50重量%以上、好ましくは80重量%以上がよい。

【0042】また、基材フィルム中には、鉱油等の軟化剤、炭酸カルシウム、シリカ、タルク、マイカ、クレイ等の充填材、酸化防止剤、光安定剤、帯電防止剤、滑剤、分散剤、中和剤、 $\alpha$ 晶核剤、 $\beta$ 晶核剤等の各種添加剤が必要に応じて配合されてもよい。

【0043】本発明の基材フィルムは押出法等の常法に従って作製することができる。その厚さは、通常10~300 $\mu$ m、好ましくは30~200 $\mu$ m程度である。基材フィルムは単層フィルムまたは多層フィルムの何れであってもよいが、粘着剤層が接する表面から150 $\mu$ m程度までの、ダイシング時に丸刃が達すると想定される層は前記オレフィン系熱可塑性エラストマーを含有している層とするのが好ましい。多層フィルムは、例えば、前記ポリオレフィン等を他の層の材料に用いて、共押出法、ドライラミネート法等の慣用のフィルム積層法により製造できる。

【0044】また、得られた基材フィルムは、必要に応じて一軸または二軸の延伸処理を施してもよい。延伸処理を施す場合には、80~160℃程度で行なうのが好ましい。このようにして製膜された基材フィルムは、必要に応じてマット処理、コロナ放電処理、プライマー処理等の慣用の物理的または化学的処理を施すことができる。

【0045】粘着剤層は、公知乃至慣用の粘着剤を使用できる。このような粘着剤は、何ら制限されるものではないが、例えばゴム系、アクリル系、シリコン系、ポリビニルエーテル系等の各種粘着剤が用いられる。

【0046】前記粘着剤としてはアクリル系粘着剤が好ましい。アクリル系粘着剤のベースポリマーであるアクリル系ポリマーは、通常、(メタ)アクリル酸アルキルの重合体または共重合性モノマーとの共重合体が用いられる。アクリル系ポリマーの主モノマーとしては、その

ホモポリマーのガラス転移温度が20℃以下の(メタ)アクリル酸アルキルが好ましい。

【0047】(メタ)アクリル酸アルキルのアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、ブチル基、2-エチルヘキシル基、オクチル基、イソノニル基等があげられる。また、前記共重合性モノマーとしては、(メタ)アクリル酸のヒドロキシアルキルエステル(例えば、ヒドロキシエチルエステル、ヒドロキシブチルエステル、ヒドロキシヘキシルエステル等)、(メタ)アクリル酸グリシジルエステル、(メタ)アクリル酸、イタコン酸、無水マレイン酸、(メタ)アクリル酸アミド、(メタ)アクリル酸N-ヒドロキシメチルアミド、(メタ)アクリル酸アルキルアミノアルキル、(例えば、ジメチルアミノエチルメタクリレート、セブチルアミノエチルメタクリレート等)、酢酸ビニル、スチレン、アクリロニトリル等があげられる。

【0048】また、粘着剤としては紫外線、電子線等により硬化する放射線硬化型粘着剤や加熱発泡型粘着剤を用いることもできる。さらには、ダイシング・ダイボン20 兼用可能な粘着剤であってもよい。本発明においては、放射線硬化型粘着剤、特に紫外線硬化型粘着剤を用いることが好ましい。なお、粘着剤として放射線硬化型粘着剤を用いる場合には、ダイシング工程の前又は後に粘着剤に放射線が照射されるため前記基材フィルムは十分な放射線透過性を有しているもの好ましい。

【0049】放射線硬化型粘着剤は、例えば、前記ベースポリマー(アクリル系ポリマー)と、放射線硬化成分を含有してなる。放射線硬化成分は、分子中に炭素-炭素二重結合を有し、ラジカル重合により硬化可能なモノマー、オリゴマー又はポリマーを特に制限無く使用できる。放射線硬化成分としては、例えば、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、テトラエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1,6-ヘキサジオールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸と多価アルコールとのエステル化物；エステルアクリレートオリゴマー；2-ブプロベニルジ-3-ブテニルシアヌレート、2-ヒドロキシエチルビス(2-アクリロキシエチル)イソシアヌレート、トリス(2-メタクリロキシエチル)イソシアヌレート等のイソシアヌレートまたはイソシアヌレート化合物などがあげられる。

【0050】また、放射線硬化型粘着剤はベースポリマー(アクリル系ポリマー)として、ポリマー側鎖に炭素-炭素二重結合を有する放射線硬化型ポリマーを使用することもでき、この場合においては特に上記放射線硬化成分を加える必要はない。

【0051】放射線硬化型粘着剤を紫外線により硬化させる場合には、光重合開始剤が必要である。重合開始剤

としては、例えば、ベンゾイルイソブチルエーテル、ベンゾインプロピルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル等のベンゾインアルキルエーテル類；ベンジル、ベンゾイン、ベンゾフェノン、 $\alpha$ -ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン等の芳香族ケトン類；ベンジルジメチルケタール等の芳香族ケタール類；ポリビニルベンゾフェノン；クロロチオキサントン、ドデシルチオキサントン、ジメチルチオキサントン、ジエチルチオキサントン等のチオキサントン類等があげられる。

【0052】前記粘着剤には、更に必要に応じて、架橋剤、粘着付与剤、充填剤、老化防止剤、着色剤等の慣用の添加剤を含有させることができる。架橋剤としては、例えば、ポリイソシアネート化合物、メラミン樹脂、尿素樹脂、アジリジン化合物、エポキシ樹脂、無水化物、ポリアミン、カルボキシル基含有ポリマーなどがあげられる。

【0053】本発明のダイシング用粘着シート1は、例えば、基材フィルム11の表面に、粘着剤を塗布して乾燥させて(必要に応じて加熱架橋させて)粘着剤層12を形成し、必要に応じてこの粘着剤層12の表面にセパレータ13を貼り合わせることでにより製造できる。また、別途、セパレータ13に粘着剤層12を形成した後、それらを基材フィルム11に貼り合わせる方法等を採用できる。

【0054】粘着剤層の厚さは、粘着剤の種類、あるいはダイシング切込深さにより適宜決定することができるが、通常は1~200 $\mu$ m、好ましくは3~50 $\mu$ m程度である。

【0055】セパレータは、ラベル加工のため、または粘着剤層を平滑にする目的のために、必要に応じて設けられる。セパレータの構成材料としては、紙、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート等の合成樹脂フィルム等があげられる。セパレータの表面には、粘着剤層からの剥離性を高めるため、必要に応じてシリコーン処理、長鎖アルキル処理、フッ素処理等の剥離処理が施されていてもよい。また、剛性を高める等の目的に応じて、一軸または二軸の延伸処理や他のプラスチックフィルム等で積層を行ってもよい。セパレータの厚みは、通常、10~200 $\mu$ m、好ましくは25~100 $\mu$ m程度である。

【0056】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

【0057】実施例1

(基材フィルムの作製)三菱化学(株)製の「商品名：ゼラス5053」と、日本ポリケム(株)製の「商品名：ノバテックHD HB330」を前者：後者(重量比)=80：20の割合で、二軸混練機(シリンダー径45mm、L/D=34、池貝社製「PCM-45」、

設定温度200℃)に供給して熔融混練することによりペレット化した。次いで、このペレットを、(株)プラコー社製Tダイ成形機(設定温度230℃)に供給し製膜し、厚み100μm、幅29cmの基材フィルムを作製した。

【0058】三菱化学(株)製の「商品名:ゼラス5053」は、プロピレン成分79重量%およびエチレン成分21重量%のオレフィン系熱可塑性エラストマーであり、*o*-ジクロロベンゼンを溶媒として用いた、温度0~140℃の間の温度上昇溶離分別における0℃での溶出分が全溶出量に対して41.7重量%であり、融点ピーク温度が164℃、密度0.88g/cm<sup>3</sup>、MFR(230℃、21.18N)6.8g/10分である。日本ポリケム(株)製の「商品名:ノバテックHD HB330」は、密度0.953g/cm<sup>3</sup>、MFR(190℃、21.18N)0.35g/10分の高密度ポリエチレンである。

【0059】(粘着剤の調製)アクリル酸ブチル90重量部及びアクリル酸10重量部をトルエン中で常法により共重合させて得られた重量平均分子量50万のアクリル系共重合体を含む溶液に、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート(商品名「カヤラッドDPH A」、日本化薬(株)製)60重量部、光重合開始剤(商品名「イルガキュア184」、チバ・スペシャリティー・ケミカルズ社製)3重量部、ポリイソシアネート化合物(商品名「コロネットL」、日本ポリウレタン(株)製)5重量部を加えて、アクリル系紫外線硬化型粘着剤溶液を調製した。

【0060】(ダイシング用粘着シートの作製)上記で調製した粘着剤溶液を、上記で得られた基材フィルムのコロナ処理面上に塗布し、80℃で10分間加熱架橋して、厚さ5μmの紫外線硬化型粘着剤層を形成した。次いで、当該粘着剤層面にセバレータを貼り合せて紫外線硬化型ダイシング用粘着シートを作製した。

#### 【0061】実施例2

(基材フィルムの作製)三菱化学(株)社製の「商品名:ゼラス5053」と、日本ポリケム(株)製の「商品名:ノバテックLL UF420」を前者:後者(重量比)=80:20の割合で、二軸混練機(シリンダー径45mm、L/D=34、池貝社製「PCM-45」)、設定温度200℃)に供給して熔融混練することによりペレット化した。このペレットを用いたこと以外は、実施例1と同様に製膜し、基材フィルムを得た。日本ポリケム(株)製の「商品名:ノバテックLL UF420」は、密度0.925g/cm<sup>3</sup>、MFR(190℃、21.18N)0.8g/10分の直鎖状低密度ポリエチレンである。

【0062】(ダイシング用粘着シートの作製)実施例1で調製した粘着剤溶液を、上記で得られた基材フィルムのコロナ処理面上に塗布し、80℃で10分間加熱架橋して、厚さ20μmの紫外線硬化型粘着剤層を形成した。次いで、当該粘着剤層面にセバレータを貼り合せて紫外線硬化型ダイシング用粘着シートを作製した。

#### 【0063】比較例1

実施例1のダイシング用粘着シートの作製において、基材フィルムとして、ポリプロピレン(日本ポリケム(株)製、商品名ノバテックFL6CK)50重量部とエチレン-メチルメタクリレート共重合体(住友化学(株)製、商品名アクリフトWM305)50重量部をドライブレンドにより混合押出し成形した厚さ80μmのフィルムを用いたこと以外は実施例1と同様にしてダイシング用粘着シートを作製した。

#### 【0064】比較例2

実施例1のダイシング用粘着シートの作製において、基材フィルムとして、厚み80μmの直鎖状低密度ポリエチレンフィルムを用いたこと以外は実施例1と同様にしてダイシング用粘着シートを作製した。

【0065】(評価試験)実施例及び比較例で得られたダイシング用粘着シートを下記の方法により評価した。結果を表1に示す。

【0066】(チップング評価)実施例及び比較例で得られたダイシング用粘着シートに、裏面をバックグラインド(#2000仕上げ)された厚さ150μmの6インチウエハをマウントした後、以下の条件でダイシングした。ダイシング後、シート裏面から紫外線を照射(500mJ/cm<sup>2</sup>)し、次いで任意の半導体チップ50個をピックアップ(剥離)した。得られた半導体側面のチップングのチップ厚み方向の深さを光学顕微鏡(200倍)で観察し、その大きさ毎にチップング数(個数)をカウントした。結果を表1に示す。

【0067】(歩留まり)チップング評価の任意の半導体チップ50個のチップについて、チップングサイズ50μm~以上でないものの割合を歩留まりとした。

#### 【0068】<ダイシング性評価>

ダイサー:DISCO社製、DFD-651

ブレード:DISCO社製、NBC-ZH2050 27HEDD

ブレード回転数:40000rpm

ダイシング速度:120mm/秒

ダイシング深さ:基材フィルムに対して30μm

ダイシングサイズ:2.5mm×2.5mm

カットモード:ダウンカット

【表1】

	チップングカウント (個)					歩留り (%)
	チップングサイズ				合 計	
	25 μm～	50 μm～	75 μm～	100 μm～		
実施例 1	5	0	0	0	5	100
実施例 2	8	1	0	0	9	98
比較例 1	8	5	3	1	17	82
比較例 2	2	2	3	10	17	70

表1から、実施例1、2のダイシング用粘着シートではチップングサイズ50  $\mu$ m $\sim$ 以上のチップングが極めて少なく、歩留りが良好である。一方、比較例1、2では、チップングサイズ50  $\mu$ m $\sim$ 以上の発生が多く歩留りがよくない。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のダイシング用粘着シートの一例を示す\*

\* 断面図である。

【符号の説明】

1 ダイシング用粘着シート

11 基材フィルム

20 12 粘着剤層

13 セパレータ

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 高柳 健二郎  
三重県四日市市東邦町1番地 三菱化学株式会社内

Fターム(参考) 4J004 AA05 AA08 AA10 AA11 AA17  
AB01 AB06 AB07 CA03 CA04  
CA06 CA07 CC02 CC03 DB02  
FA05 FA08  
4J040 CA001 DD051 DF001 DF011  
DF041 DF051 DF101 EK031  
FA131 FA141 JB07 JB08  
JB09 KA13 KA16 LA06 NA20  
PA09 PA23 PA42